

PRODUCTION OF AROMATIC CARBOXYLIC ACID AND APPARATUS THEREFOR

Publication number: JP10291957

Publication date: 1998-11-04

Inventor: MURAKAMI SATORU; SAKATA TOSHIYUKI

Applicant: MITSUI CHEMICALS INC

Classification:

- International: B01J31/04; B01J31/08; C07B61/00; C07C51/265; C07C63/26; B01J31/04; B01J31/08; C07B61/00; B01J31/04; B01J31/06; C07B61/00; C07C51/16; C07C63/00; B01J31/04; B01J31/06; C07B61/00; (IPC1-7): C07C63/26; B01J31/04; B01J31/08; C07B61/00; C07C51/265

- European:

Application number: JP19980034450 19980217

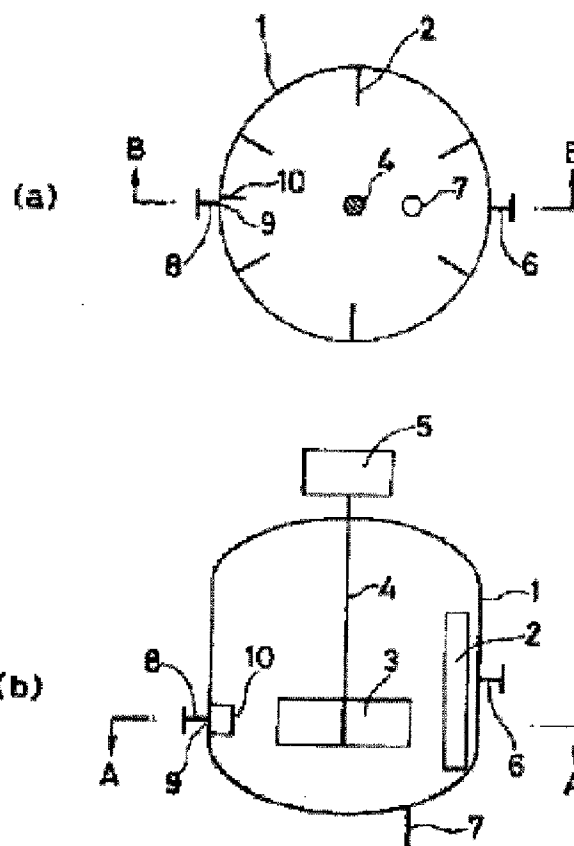
Priority number(s): JP19980034450 19980217; JP19970036596 19970220

Report a data error here

Abstract of JP10291957

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a process for the production of an aromatic carboxylic acid and an apparatus therefor capable of decreasing the amount of noncondensable gas accompanying to slurry in the extraction of the produced aromatic carboxylic acid slurry from an oxidation reactor and, accordingly, improving the utilization efficiency of an oxygen-containing gas.

SOLUTION: A deflector 10 is attached to the inner wall of an oxidation reactor 1 at the downstream side of the stirring flow 11 of the reaction liquid relative to the opening 9 of a slurry discharging channel 8 of the reactor 1. An alkylaromatic compound is introduced through a raw material introducing path 6 together with a solvent and a catalyst, an oxygen-containing gas is introduced from a gas-introducing path 7, a stirrer 3 is operated and the slurry containing the produced aromatic carboxylic acid is extracted from the slurry discharging channel 8 to decrease the amount of noncondensable gas accompanying to the slurry.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-291957

(43) 公開日 平成10年(1998)11月4日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	
C 0 7 C 63/26		C 0 7 C 63/26	D
B 0 1 J 31/04		B 0 1 J 31/04	Z
31/08		31/08	Z
C 0 7 B 61/00	3 0 0	C 0 7 B 61/00	3 0 0
C 0 7 C 51/265		C 0 7 C 51/265	
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 7 頁)			

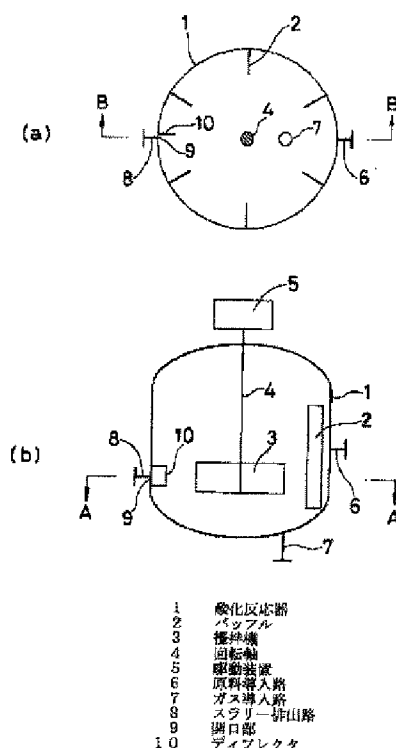
(21) 出願番号	特願平10-34450	(71) 出願人	000005887 三井化学株式会社 東京都千代田区霞が関三丁目2番5号
(22) 出願日	平成10年(1998)2月17日	(72) 発明者	村上 哲 山口県玖珂郡和木町和木六丁目1番2号 三井化学株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願平9-36596	(72) 発明者	坂田 敏幸 山口県玖珂郡和木町和木六丁目1番2号 三井化学株式会社内
(32) 優先日	平9(1997)2月20日	(74) 代理人	弁理士 柳原 成
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

(54) 【発明の名称】 芳香族カルボン酸の製造方法および装置

(57) 【要約】

【課題】 酸化反応器から生成する芳香族カルボン酸のスラリーを抜き出す際、スラリーに同伴する非凝縮性ガスの量を少なくし、これにより酸素含有ガスの利用効率を高くできる芳香族カルボン酸の製造方法およびそのための装置を得る。

【解決手段】 酸化反応器1のスラリー排出路8の開口部9よりも、反応液の攪拌流11の下流側の内壁にディフ렉タ10を設け、原料導入路6からアルキル芳香族化合物を溶媒および触媒とともに導入し、ガス導入路7から酸素含有ガスを導入し、攪拌機3を回転させ、生成する芳香族カルボン酸を含むスラリーをスラリー排出路8から抜き出すことによりスラリーに同伴する非凝縮性ガスの量を少なくする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 原料導入路、酸素含有ガス導入路、攪拌機、スラリー排出路、およびディフレクタを有し、かつディフレクタは酸化反応器内壁のスラリー排出路の開口部よりも反応液の攪拌流の下流側に設けられている酸化反応器に、溶媒および触媒の導入とともにアルカリ芳香族化合物を原料導入路から導入し、酸素含有ガス導入路から酸素含有ガスを導入し、攪拌機で攪拌しアルキル芳香族化合物を液相酸化して、芳香族カルボン酸の結晶スラリーを生成させ、ディフレクタにより同伴する非凝縮性ガス量が少なくなったスラリーを、反応器からスラリー排出路を通して引き抜くことを特徴とする芳香族カルボン酸の製造方法。

【請求項2】 アルキル芳香族化合物がパラキシレン、芳香族カルボン酸がテレフタル酸である請求項1記載の方法。

【請求項3】 ディフレクタがスラリーの流速を上昇させ、これにより気泡が攪拌流に乗ってスラリー排出路の開口部から遠ざかるようにすることによりスラリー中の気泡を減少させる請求項1または2記載の方法。

【請求項4】 アルキル芳香族化合物の液相酸化により芳香族カルボン酸を生成させる酸化反応器と、酸化反応器に溶媒および触媒の導入とともに原料のアルキル芳香族化合物を導入する原料導入路と、酸化反応器に酸素含有ガスを導入するガス導入路と、酸化反応器の反応液を攪拌する攪拌機と、酸化反応器から生成する芳香族カルボン酸を含むスラリーを抜き出すスラリー排出路と、酸化反応器内壁のスラリー排出路の開口部よりも反応液の攪拌流の下流側に設けられたディフレクタとを有する芳香族カルボン酸の製造装置。

【請求項5】 ディフレクタがスラリーの流速を上昇させ、これにより気泡が攪拌流に乗ってスラリー排出路の開口部から遠ざかるようにすることによりスラリー中の気泡を減少させるように設置させる請求項4記載の装置。

【請求項6】 ディフレクタが平板状または曲面状である請求項4記載の装置。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、アルキル置換基または一部酸化したアルキル置換基を含有するアルキル芳香族化合物を酸素含有ガスにより液相酸化して芳香族カルボン酸を製造する方法およびその装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 芳香族カルボン酸類は基礎化学品として重要であり、特に芳香族ジカルボン酸は繊維、樹脂、可塑剤等の原料として有用である。例えば、テレフタル酸はポリエステル原料として、近年その需要が増大している。

【0003】 従来、芳香族カルボン酸の製造方法としては、一般に酸化反応槽において、重金属化合物および臭素化合物を触媒とし、酢酸等の低級脂肪族カルボン酸を含む反応溶媒中で、メチル置換芳香族化合物を分子状酸素含有ガスと接触させて液相酸化する方法が採用されている。このような従来の製造方法では、内周壁にバッフルを有し、中央部に攪拌機を有する円筒形の酸化反応器に、原料としてパラキシレン等のアルキル置換芳香族化合物、溶媒の酢酸および触媒の混合物、ならびに空気等の酸素含有ガスを導入して酸化反応を行い、テレフタル酸等の芳香族カルボン酸を生成させている。

【0004】 生成する芳香族カルボン酸は結晶として析出し、スラリーとなるので、このスラリーを酸化反応槽からスラリー受槽に抜き出して、精製工程に移送する。この場合スラリーは酸化反応槽の下部から抜き出されるが、酸化反応器内は一般に空気にて酸化反応を行うため、酸素、窒素等の非凝縮ガスが大量に存在しており、その一部がスラリーに同伴して抜き出されるため酸素含有ガスのロスが大きいという問題点があった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の課題は、酸化反応器から生成する芳香族カルボン酸のスラリーを抜き出す際、スラリーに同伴する非凝縮性ガスの量を少なくし、これにより酸素含有ガスの利用効率を高くできる芳香族カルボン酸の製造方法を提案することである。本発明の他の課題は、酸化反応器から生成する芳香族カルボン酸のスラリーを抜き出す際、スラリーに同伴する非凝縮性ガスの量を少なくできる芳香族カルボン酸の製造装置を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は次の芳香族カルボン酸の製造方法および装置である。

(1) 原料導入路、酸素含有ガス導入路、攪拌機、スラリー排出路、およびディフレクタを有し、かつディフレクタは酸化反応器内壁のスラリー排出路の開口部よりも反応液の攪拌流の下流側に設けられている酸化反応器に、溶媒および触媒の導入とともにアルカリ芳香族化合物を原料導入路から導入し、酸素含有ガス導入路から酸素含有ガスを導入し、攪拌機で攪拌しアルキル芳香族化合物を液相酸化して、芳香族カルボン酸の結晶スラリーを生成させ、ディフレクタにより同伴する非凝縮性ガス量が少なくなったスラリーを、反応器からスラリー排出路を通して引き抜くことを特徴とする芳香族カルボン酸の製造方法。

(2) アルキル芳香族化合物がパラキシレン、芳香族カルボン酸がテレフタル酸である上記(1)記載の方法。

(3) ディフレクタがスラリーの流速を上昇させ、これにより気泡が攪拌流に乗ってスラリー排出路の開口部から遠ざかるようにすることによりスラリー中の気泡を

減少させる上記(1)または(2)記載の方法。

(4) アルキル芳香族化合物の液相酸化により芳香族カルボン酸を生成させる酸化反応器と、酸化反応器に溶媒および触媒の導入とともに原料のアルキル芳香族化合物を導入する原料導入路と、酸化反応器に酸素含有ガスを導入するガス導入路と、酸化反応器の反応液を攪拌する攪拌機と、酸化反応器から生成する芳香族カルボン酸を含むスラリーを抜き出すスラリー排出路と、酸化反応器内壁のスラリー排出路の開口部よりも反応液の攪拌流の下流側に設けられたディフレクタとを有する芳香族カルボン酸の製造装置。

(5) ディフレクタがスラリーの流速を上昇させ、これにより気泡が攪拌流に乗ってスラリー排出路の開口部から遠ざかるようにすることによりスラリー中の気泡を減少させるように設置させる上記(4)記載の装置。

(6) ディフレクタが平板状または曲面状である上記(4)記載の装置。

【0007】本発明において用いる酸化反応器は、アルキル芳香族化合物、溶媒、触媒および酸素含有ガスを導入し、攪拌機で攪拌して液相酸化を行い、芳香族カルボン酸を製造するように構成される。このような酸化反応器は縦型円筒状に形成されるのが好ましいが、他の形状であってもよい。

【0008】酸化反応器には溶媒および触媒の導入とともに、原料のアルキル芳香族化合物を導入する原料導入路が設けられる。この原料導入路は反応液の液相中に連絡されるが、反応器の中間部に連絡するのが好ましい。溶媒および触媒は原料導入路から導入してもよく、また別の導入路から導入してもよい。

【0009】酸化反応器は酸素含有ガスを導入するガス導入路が設けられる。このガス導入路は酸化反応器の下部に連絡するのが好ましいが、他の部位に連絡してもよい。酸素含有ガスは分子状酸素含有ガスであり、例えば酸素や空気等をあげることができるが、実用的には空気が好ましい。

【0010】酸化反応器には反応液を攪拌する攪拌機が設けられる。攪拌機は特に制限されないが、攪拌翼を回転させる形式のものが好ましい。この場合、円筒形の酸化反応器の中心軸に沿って設けるのが好ましく、これにより内周壁に沿った旋回流からなる攪拌流が形成される。攪拌力を高めるために、反応器の内周壁に縦方向のバッフルを設けるのが好ましい。

【0011】酸化反応器には、生成する芳香族カルボン酸を含むスラリーを抜き出すスラリー排出路が設けられる。このスラリー排出路は反応器内のスラリーが有効に抜き出せる限り、その位置は限定されないが、反応器の下部に設けるのが好ましい。

【0012】本発明では酸化反応器のスラリー排出路の開口部よりも、反応液の攪拌流の下流側にディフレクタを設ける。このディフレクタは気泡の巻き込みを抑制す

るため、開口部の流速を上昇させるものであればよく、その形状、大きさ等は制限されず、平板状のもので十分機能を発揮するが、曲面状その他の形状のものでもよい。

【0013】ディフレクタの大きさは、スラリー排出路の開口部の直径の2～5倍、好ましくは2～3倍の幅、開口部の直径の1～3倍、好ましくは1～2倍程度の高さとなるように取付ける。取付位置は開口部から下流側に開口部の直径の3倍以下、好ましくは0.5倍以下の位置に、反応器の内壁から垂直に立上がるように取付けるのが好ましい。

【0014】本発明において芳香族カルボン酸を製造するための原料としては、アルキル置換基または一部酸化したアルキル置換基を有するアルキル芳香族化合物(以下、単に酸化原料という場合がある)が使用できる。このような芳香族化合物は単環であっても、多環であってもよい。上記アルキル置換基としては、例えばメチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基等の炭素数1～4のアルキル基をあげることができる。また一部酸化したアルキル基としては、例えばアルデヒド基、アシル基、カルボキシル基、ヒドロキシアルキル基等をあげることができる。

【0015】アルキル置換基を有する芳香族化合物、すなわちアルキル置換芳香族炭化水素の具体的なものとしては、例えば*m*-ジイソプロピルベンゼン、*p*-ジイソプロピルベンゼン、*m*-シメン、*p*-シメン、*m*-キシレン、*p*-キシレン、トリメチルベンゼン類、テトラメチルベンゼン類等の炭素数1～4のアルキル基を2～4個有するジもしくはポリアルキルベンゼン類；ジメチルナフタレン類、ジエチルナフタレン類、ジイソプロピルナフタレン類等の炭素数1～4のアルキル基を2～4個有するジもしくはポリアルキルナフタレン類；ジメチルビフェニル類等の炭素数1～4のアルキル基を2～4個有するポリアルキルビフェニル類などをあげることができる。

【0016】また一部酸化したアルキル置換基を有する芳香族化合物は、上記化合物におけるアルキル基が一部酸化されて、上述したようにアルデヒド基、アシル基、カルボキシル基、ヒドロキシアルキル基等に酸化されている化合物であり、具体的なものとしては、例えば3-メチルベンズアルデヒド、4-メチルベンズアルデヒド、*m*-トルイル酸、*p*-トルイル酸、3-ホルミル安息香酸、4-ホルミル安息香酸、ホルミルナフタレン類等をあげることができる。これらは単独で、または2種以上の混合物として用いられる。

【0017】本発明において触媒としては、重金属化合物および臭素化合物が用いられるが、それらの化合物としては次のようなものが例示される。すなわち、重金属化合物における重金属としては、例えばコバルト、マンガ、ニッケル、クロム、ジルコニウム、銅、鉛、ハフ

ニウム、セリウム等をあげることができる。これらは単独で、または組合せて用いることができるが、特にコバルトとマンガンとを組合せて用いるのが好ましい。このような重金属の化合物としては、例えば酢酸塩、硝酸塩、アセチルアセトナート塩、ナフテン酸塩、ステアリン酸塩、および臭化物等をあげることができるが、特に酢酸塩が好ましい。

【0018】臭素化合物としては、例えば分子状臭素、臭化水素、臭化ナトリウム、臭化カリウム、臭化コバルト、臭化マンガン等の無機臭素化合物；臭化メチル、臭化メチレン、ブromホルム、臭化ベンジル、ブromメチルトルエン、ジブromエタン、トリブromエタン、テトラブromエタン等の有機臭素化合物などをあげることができる。これらの臭素化合物も単独で、または2種以上の混合物として用いられる。

【0019】本発明において、上記重金属化合物と臭素化合物との組合せからなる触媒は、重金属原子1モルに対して臭素原子0.05～1.0モル、好ましくは0.1～2モルの範囲からなるものが望ましい。このような触媒は、通常、反応溶媒中の重金属濃度として10～10000ppm、好ましくは100～5000ppmの範囲で用いられる。

【0020】反応溶媒として使用する低級脂肪族カルボン酸の具体的なものとしては、例えば酢酸、プロピオン酸、酪酸等をあげることができる。低級脂肪族カルボン酸は単独で反応溶媒として使用することもできるし、水と混合して混合物の状態として使用することもできる。反応溶媒の具体的なものとしては、例えば酢酸、プロピオン酸、酪酸およびこれらの混合物、あるいはこれらの低級脂肪族カルボン酸と水との混合物等をあげることができる。これらの中では、酢酸と水との混合物が好ましく、特に酢酸100重量部に対して水1～20重量部、好ましくは5～15重量部を混合した混合物が望ましい。

【0021】反応溶媒の使用量は、液相部における酸化原料となる芳香族化合物1重量部に対して1～70重量部、好ましくは2～50重量部の範囲、特に好ましくは2～6重量部の範囲すなわち溶媒量比が1～70、好ましくは2～50、特に好ましくは2～6となる量である。反応溶媒の使用量が上記範囲にある場合、反応溶媒中の固形分濃度が低くなるため、反応溶媒中の酸素の拡散を促進させることができ、これにより反応速度を高くできるとともに、高品質の芳香族カルボン酸を製造することができる。また反応速度を高くできるので、反応時間を短くして酸化原料の供給速度を速くことができ、これにより反応器の容積効率が高くなり、生産性も向上する。

【0022】本発明の芳香族カルボン酸の製造方法は、前記酸化反応器に原料導入路からアルキル芳香族化合物、溶媒および触媒の混合物を導入し、ガス導入路から

酸素含有ガスを導入し、攪拌機で攪拌しながら酸化反応を行う。これにより触媒の存在下に、低級脂肪族カルボン酸を含む反応溶媒中で、酸化原料となるアルキル芳香族化合物が酸素含有ガスにより液相酸化される。

【0023】このとき酸素含有ガスは酸化原料となる芳香族化合物を芳香族カルボン酸に酸化するのに必要な量より過剰に供給する。分子状酸素含有ガスとして空気を使用する場合、酸化原料となる芳香族化合物1kgに対して2～20Nm³、好ましくは2.5～15Nm³の割合で反応系に供給するのが望ましい。このような酸素含有ガス中の酸素、窒素等の非凝縮性ガスは気泡として反応液に分散した状態で攪拌流とともに循環する。

【0024】酸化反応によりアルキル芳香族化合物は酸化されて芳香族カルボン酸が生成するが、この芳香族カルボン酸は結晶として析出し、スラリーが形成される。スラリーはスラリー排出路からスラリー受け槽に抜き出し、後続の精製工程に移送される。反応液中に分散する酸素、窒素等の非凝縮性のガスもスラリーに同伴して抜き出されるが、ディフレクタの設置により、スラリーに同伴して抜き出される非凝縮性ガスの量は少なくなる。

【0025】すなわち反応液、結晶および気泡を含むスラリーは、攪拌機の攪拌により反応器の内壁に沿って循環しているが、スラリー排出路の開口部の下流にディフレクタを設けることにより、スラリーの流速が上昇する。このため比重の小さい気泡は攪拌流に乗って開口部から遠ざかることになり、開口部からスラリーに同伴して抜き出される気泡が少なくなる。これにより酸化反応器における酸素含有ガスの利用効率は高くなる。

【0026】これに対しディフレクタを開口部の上流側に設けると、ディフレクタの後側は負圧部となるため、気泡がこの部分に吸込まれやすくなる。このためこの部分からスラリーを抜き出すと、多量の気泡がスラリーに同伴して抜き出され、折角酸化反応器に導入された酸素含有ガスが利用されないで抜き出される結果になる。

【0027】

【発明の効果】本発明によれば、酸化反応器のスラリー排出路の開口部よりも反応液の攪拌流の下流側にディフレクタを設けたので、開口部から抜き出されるスラリーに同伴する非凝縮性ガスの量は少なくなり、これにより酸化反応器に導入された酸素含有ガスの利用効率が高くなる。

【0028】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面により説明する。図1は実施形態の芳香族カルボン酸の製造装置を示し、(a)は(b)のA-A面で切断した水平断面図、(b)は(a)のB-B面で切断した垂直断面図、図2(a)はディフレクタを下流側に設けた場合、(b)は上流側に設けた場合の説明図である。

【0029】図1において、1は酸化反応器で、縦型円筒状に形成され、その内壁に沿って垂直方向にバッフル

2が設けられている。酸化反応器1の中央部には垂直方向に回転翼式の攪拌機3が設けられ、その回転軸4は酸化反応器1の上壁を貫通して上方に伸び駆動装置5により駆動されるように構成されている。

【0030】酸化反応器1の中間部の周壁には原料導入路6が連絡している。酸化反応器1の下部には複数のガス導入路7が上向きに連絡している。また酸化反応器1のガス導入路7のない部分にはスラリー排出路8が開口している。そしてスラリー排出路8の開口部9よりも、攪拌流11の下流側には、平板状のディフレクタ10が垂直に突出するように設けられている。

【0031】上記の装置による芳香族カルボン酸の製造方法は、酸化反応器1に原料導入路6からアルキル芳香族化合物、溶媒および触媒の混合物を導入し、ガス導入路7から酸素含有ガスを導入し、駆動装置5により攪拌機3を回転させて攪拌しながら酸化反応を行う。これにより触媒の存在下に、低級脂肪族カルボン酸を含む反応溶媒中で、酸化原料となるアルキル芳香族化合物が酸素含有ガスにより液相酸化される。

【0032】このとき酸素含有ガスは酸化原料となる芳香族化合物を芳香族カルボン酸に酸化するのに必要な量より過剰に供給する。このような酸素含有ガス中の酸素、窒素等の非凝縮性ガスは気泡として反応液に分散した状態で攪拌流とともに循環する。

【0033】酸化反応によりアルキル芳香族化合物は酸化されて芳香族カルボン酸が生成するが、この芳香族カルボン酸は結晶として析出し、スラリーが形成される。スラリーはスラリー排出路8からスラリー受け槽に抜き出し、後続の精製工程に移送される。反応液中に分散する酸素、窒素等の非凝縮性のガスもスラリーに同伴して抜き出されるが、ディフレクタ10の設置により、スラリーに同伴して抜き出される非凝縮性ガスの量は少なくなる。

【0034】すなわち反応液、結晶および気泡を含むスラリーは、攪拌機の攪拌により反応器の内壁に沿って循環しているが、スラリー排出路8の開口部9の下流にディフレクタ10を設けることにより、図2(a)に示すようにスラリーの攪拌流11は流速が上昇する。このため気泡12は攪拌流11に乗って開口部9から遠ざかることになり、開口部9からスラリーに同伴して抜き出される気泡が少なくなる。これにより酸化反応器における酸素含有ガスの利用効率は高くなる。

【0035】これに対しディフレクタ10を開口部9の上流側に設けると、図2(b)に示すように、ディフレ

クタ10の後側は負圧部となるため、気泡12がこの部分に吸込まれやすくなる。このためこの部分からスラリーを抜き出すと、多量の気泡がスラリーに同伴して抜き出され、折角酸化反応器1に導入された酸素含有ガスが利用されないで抜き出される結果になる。

【0036】

【実施例】以下、本発明の実施例について説明する。

参考例1

図1の酸化反応器(容量:300 liter、ディフレクタ10なし)に、原料導入路からパラキシレンを25 liter/Hで導入し、ガス導入路7から空気を70 Nm³/Hで導入し、攪拌機3を200 rpmで回転させて酸化反応を行い、スラリー排出路8からスラリーを200 liter/Hで抜き出したところ、スラリー全流量に対する非凝縮性ガスの流量は30容量%であった。

【0037】実施例1

参考例1において、酸化反応器1の開口部9から10 cm下流側に、たて50 mm、よこ70 mmの平板状ディフレクタ10を設置して試験したところ、スラリー全流量に対する非凝縮性ガスの流量は15容量%になった。

【0038】参考例2

実施例1において、ディフレクタ10を上流側に設置したところ、スラリー全流量に対する非凝縮性ガスの流量は40容量%になった。

【図面の簡単な説明】

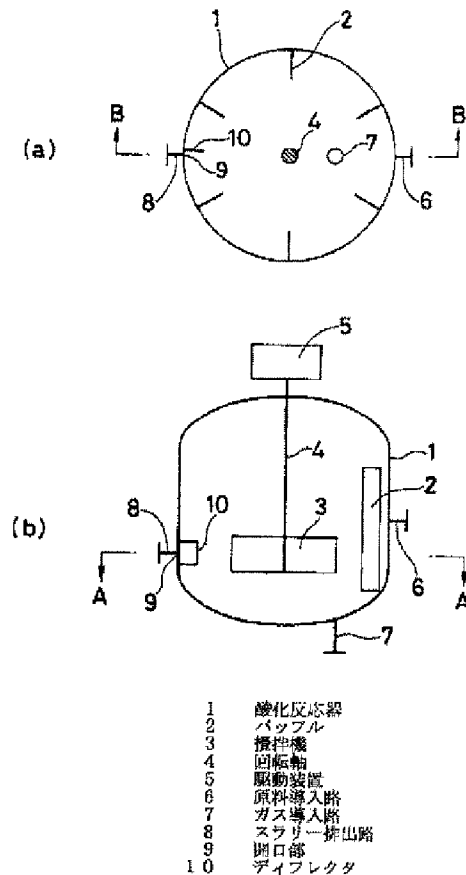
【図1】実施形態の芳香族カルボン酸の製造装置を示し、(a)は(b)のA-A面で切断した水平断面図、(b)は(a)のB-B面で切断した垂直断面図である。

【図2】(a)はディフレクタを下流側に設けた場合、(b)は上流側に設けた場合の説明図である。

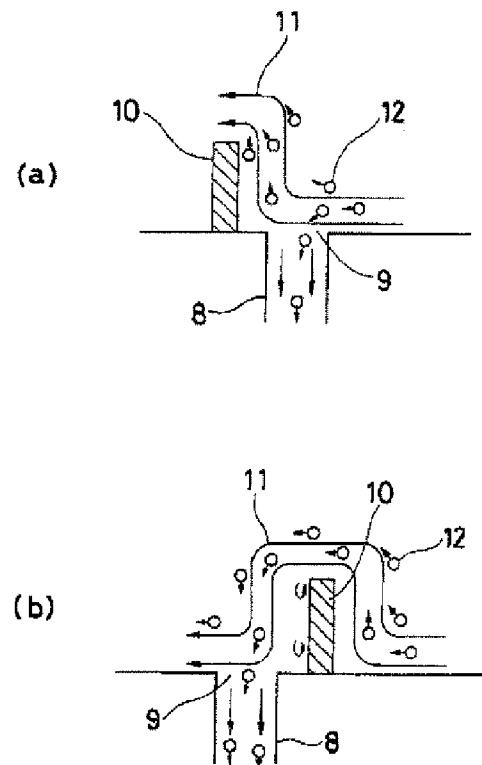
【符号の説明】

- 1 酸化反応器
- 2 バッフル
- 3 攪拌機
- 4 回転軸
- 5 駆動装置
- 6 原料導入路
- 7 ガス導入路
- 8 スラリー排出路
- 9 開口部
- 10 ディフレクタ
- 11 攪拌流
- 12 気泡

【図1】



【図2】



【手続補正書】

【提出日】平成10年3月24日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項1

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項1】 原料導入路、酸素含有ガス導入路、攪拌機、スラリー排出路、およびディフレクタを有し、かつディフレクタは酸化反応器内壁のスラリー排出路の開口部よりも反応液の攪拌流の下流側に設けられている酸化反応器に、溶媒および触媒の導入とともにアルキル芳香族化合物を原料導入路から導入し、酸素含有ガス導入路から酸素含有ガスを導入し、攪拌機で攪拌しアルキル芳香族化合物を液相酸化して、芳香族カルボン酸の結晶スラリーを生成させ、ディフレクタにより同伴する非凝縮性ガス量が少なくなったスラリーを、反応器からスラリー排出路を通して引き抜くことを特徴とする芳香族カルボン酸の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正内容】

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は次の芳香族カルボン酸の製造方法および装置である。

(1) 原料導入路、酸素含有ガス導入路、攪拌機、スラリー排出路、およびディフレクタを有し、かつディフレクタは酸化反応器内壁のスラリー排出路の開口部よりも反応液の攪拌流の下流側に設けられている酸化反応器に、溶媒および触媒の導入とともにアルキル芳香族化合物を原料導入路から導入し、酸素含有ガス導入路から酸素含有ガスを導入し、攪拌機で攪拌しアルキル芳香族化合物を液相酸化して、芳香族カルボン酸の結晶スラリーを生成させ、ディフレクタにより同伴する非凝縮性ガス量が少なくなったスラリーを、反応器からスラリー排出路を通して引き抜くことを特徴とする芳香族カルボン酸の製造方法。

(2) アルキル芳香族化合物がパラキシレン、芳香族カルボン酸がテレフタル酸である上記(1)記載の方

法。

(3) ディフレクタがスラリーの流速を上昇させ、これにより気泡が攪拌流に乗ってスラリー排出路の開口部から遠ざかるようにすることによりスラリー中の気泡を減少させる上記(1)または(2)記載の方法。

(4) アルキル芳香族化合物の液相酸化により芳香族カルボン酸を生成させる酸化反応器と、酸化反応器に溶媒および触媒の導入とともに原料のアルキル芳香族化合物を導入する原料導入路と、酸化反応器に酸素含有ガスを導入するガス導入路と、酸化反応器の反応液を攪拌する攪拌機と、酸化反応器から生成する芳香族カルボン酸

を含むスラリーを抜き出すスラリー排出路と、酸化反応器内壁のスラリー排出路の開口部よりも反応液の攪拌流の下流側に設けられたディフレクタとを有する芳香族カルボン酸の製造装置。

(5) ディフレクタがスラリーの流速を上昇させ、これにより気泡が攪拌流に乗ってスラリー排出路の開口部から遠ざかるようにすることによりスラリー中の気泡を減少させるように設置させる上記(4)記載の装置。

(6) ディフレクタが平板状または曲面状である上記(4)記載の装置。